PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

10-075019

(43)Date of publication of application: 17.03.1998

(51)Int.CI.

H01S 3/18

H01L 21/205

H01L 33/00

(21)Application number: 09-185864

(71)Applicant: TOSHIBA CORP

(22)Date of filing:

26.06.1997

(72)Inventor: YUGE SHOZO

SUGAWARA HIDETO

(30)Priority

Priority number: 08188835

Priority date : 28.06.1996

Priority country: JP

(54) MANUFACTURE OF GAN COMPOUND SEMICONDUCTOR DEVICE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for manufacturing high-quality GaN compound semiconductor device, wherein a high-quality InGaN light-emitting layer of a good crystallinity can be

SOLUTION: When depositing (Ga1-xN/Alx)1-yInyN $(0\le x\le 1, 0\le y\le 1)$ crystal material, by vapor phase epitaxial technology, an atmosphere of at least one growth interruption process to interrupt the growth of a layer being formed, whether it is the same layer or hetero layer, is made the group V gas included one and carrier gas other than group V gas is inactive gas. By this method, the sublimation of a layer exposed in the growth interruption process can be prevented.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

04.09.1997

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

2918517

23.04.1999 [Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of

rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-75019

(43)公開日 平成10年(1998) 3月17日

(51) Int.Cl.6	識別記号	庁内整理番号	FΙ			技術表示箇所
H01S 3/1	8		H01S	3/18		
H01L 21/2	205	•	H01L	21/205		
33/0	10			33/00	С	

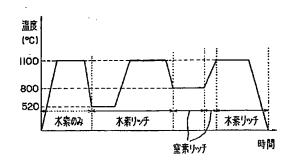
		審査請求 有 請求項の数13 FD (全 8 頁)
(21)出願番号	特顧平9-185864	(71)出願人 000003078 株式会社東芝
(22)出顧日	平成9年(1997)6月26日	神奈川県川崎市幸区堀川町72番地 (72)発明者 弓 削 省 三
(31)優先権主張番号 (32)優先日	特願平8-188835 平 8 (1996) 6 月28日	神奈川県川崎市幸区堀川町72番地 株式会 社東芝川崎事業所内
(33)優先権主張国	日本 (JP)	(72)発明者 菅 原 秀 人
		神奈川県川崎市幸区堀川町72番地 株式会社東芝川崎事業所内
		(74)代理人 弁理士 佐藤 一雄 (外3名)

(54) 【発明の名称】 GaN系化合物半導体素子の製造方法

(57)【要約】

【課題】 高品質で結晶性にすぐれた In Ga N発光層 を形成し得る、高品質GaN系化合物半導体素子の製造 方法を提供すること。

[解決手段] (Ga_{1-x} N/Al_x)_{1-y} In_y N (0≤x≤1,0≤y≤1)系結晶材料を気相成長させ るに際し、同一層およびヘテロ層のいずれにおいても、 形成する層の成長を中断する成長中断工程の少なくとも 一つの成長中断工程における雰囲気として、V族ガスを 含む雰囲気であり、かつ、V族以外のキャリアガスとし て不活性ガスを用いることによって、前記成長中断工程 において露出している層の昇華を防止するようにしたこ とを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】(Ga,-、A1、),-、1n、N(0≤x≤1,0≤y≤1)系結晶材料を気相成長させるに際し、同一層およびへテロ層のいずれにおいても、形成する層の成長を中断する成長中断工程の少なくとも一つの成長中断工程における雰囲気として、V族ガスを含む雰囲気であり、かつ、V族以外のキャリアガスとして不活性ガスを用いることによって、前記成長中断工程において露出している層の分解を防止するようにしたことを特徴とする、GaN系化合物半導体素子の製造方法。

【請求項2】前記材料系の成長の際に、最終層終了後の 降温過程に請求項1 に記載の方法を適用した、請求項1 に記載の方法。

【請求項3】前記成長中断工程が、温度を一定にする工程のみならず、昇温ないし降温を伴う工程を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項4】前記V族原料ガスが、 NH_s 、 N_2H_4 、 N_2H_s CH。および N_2H_2 (CH。) 2からなる群から選ばれた少なくとも1種を含み、前記不活性ガスが、 N_2 、 H_e 、 N_e 、 A_r 、 K_r 、 X_e および S_r からなる群から選ばれた少なくとも1種を含む、請求項1または2 に記載の方法。

【請求項5】前記キャリアガスが、所定量内のH2を含む、請求項1ないし4のいずれか1項に記載の方法。

【請求項6】前記不活性ガスとH₂キャリアガスの比率が、1:1以上である、請求項1ないし5のいずれか1項に記載の方法。

【請求項7】前記V族原料ガスの前記キャリアガスに対する拡散係数が、H2に対する拡散係数より小さい、請求項1ないし6のいずれか1項に記載の方法。

【請求項8】当該方法によって形成されるInGaN系MQW層が、サテライトピークを有するX線回折パターンを有する。請求項1ないし7のいずれか1項に記載の方法。

【請求項9】 $In_x Ga_{1.x} N (0 < x \le 1) / A1$ 、 $Ga_{1.x} N (0 \le y \le 1)$ 系結晶材料を気相成長させる 工程において、 $In_x Ga_{1.x} N$ 層を温度 T_a で成長させた後、V族原料ガスを含む所定雰囲気の下、温度 T_a (ただし、 $T_a \le T_a$) で $A1_x Ga_{1.x} N$ 層を成長させるまでの温度保持過程または昇温過程を含む成長中断 40 工程の間、前記V族原料ガスのキャリアガスとして不活性ガスを用いることによって、前記 $I_x n Ga_{1.x} N$ 層表面近傍から前記雰囲気中へのV族原料ガスの拡散を抑制し、かつ、 $I_x n Ga_{1.x} N$ 層表面近傍のV族原料の蒸気圧を実質的に高めて $I_x n Ga_{1.x} N$ 層の昇華を防止するようにした、請求項I に記載の方法。

【請求項10】温度T。と温度T,が下記の範囲条件を 満足する、請求項9に記載の方法。

 $400\% \le T$, $\le 950\%$ $600\% \le T$, $\le 1300\%$ 【請求項11】前記V族原料ガスが、NH,、N, H,、N, H, CH, およびN, H, (CH,), からなる群から選ばれた少なくとも1種を含み、前記不活性ガスが、N,、He、Ne、Ar、Kr、Xe およびSF。 からなる群から選ばれた少なくとも1種を含む、請求項9または10 に記載の方法。

【請求項12】前記キャリアガスが、所定量内のH,を含む、請求項9ないし11のいずれか1項に記載の方

注

10 【請求項13】前記V族原料ガスの前記キャリアガスに 対する拡散係数が、H、に対する拡散係数より小さい、 請求項9ないし12のいずれか1項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体発光素子の製造方法に関し、特に紫外から緑色までの発光素子に用いられるInGaAIN系へテロ構造LED、LD等の製造方法に関するものである。

[0002]

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】表示等やフルカラー式ディスプレイ等に使用されるGaN系発光素子を例にとって、従来提案されている製造例に基づいて、GaN系半導体素子の製造方法について説明する。

【0003】図1は、GaN系発光素子一構造例を概略的に示す断面図である。図9は、処理温度と時間経過を示すタイムチャートである。各層の成長方法としては、有機金属気相成長法(以下、MOCVD法という)が用いられる。

【0004】まず、バッファ層の成長の前にサファイア 基板1に対して、水素キャリアガスだけでサーマルクリ ーニングを行う。その後、キャリアガスはそのままで5 20℃まで降温し、次いで、キャリアガスを次のように 切り替える。即ち、窒素と水素の割合が、1:3になる ようにキャリアガスを切り替え、V族原料であるNH, とIII 族原料であるTMGとを一定量供給し、厚さ50 nmのGaNバッファ層2を成長させる。V族原料であるNH,は、これ以降のプロセスにおいては成長中はも ちろんのこと、成長中断中においても常に供給されるよ うに設定されている。

【0005】その後、キャリアガスは切り替えずに1100℃まで昇温し、TMGおよびSiH。を供給し、厚さ4μmのSiドープn型GaNクラッド層3を成長させる。とのSiドープn型GaNクラッド層3の成長後、キャリアガスはそのままとして800℃まで降温する。温度が800℃で一定になった状態で、キャリアガスである窒素と水素の割合を1:1に切り替え、成長層原料であるTMIとTMGと発光中心原料であるSiH。とDMZnとを供給し、厚さ0.2μmのZn、Si50 ドープInGaN発光層4を成長させる。ととで、本明

細書においては、窒素:水素の割合が1:1の場合も窒 素リッチ状態と定義するものとする。

[0006] cのSiドープ!nGaN発光層4の成長 後、キャリアガスである窒素と水素の比を1:3に戻し (すなわち水素リッチの状態にし)、1100℃まで昇 温する。1100℃に昇温後においては、キャリアガス はそのままとし、TMAとTMGおよびドーパントであ るCp、Mgを供給し、厚さO.2μmのMgドープp 型AIGaN層5を成長させる。最後に、TMGとCp , Mgを供給して、厚さ0.3μmのp型GaN層6を 10 る。 成長させる。さらに、キャリアガスはそのままで、成長 を中断させたままの状態で室温まで降温することによっ て、図1に示すようなGaN系発光素子が得られる。

【0007】とのようにして得られる1nGaN発光層 は、InNの窒素の平衡圧がGaNに比べて2桁ほど高 く、また、GaNより200℃ほど低温度で成長するた め、従来の方法でInGaN発光層の上層にAlGaN 層を成長させる場合には、一旦成長を中断し、さらに昇 温してInGaN層上にAlGaN層を成長させなけれ ばならなかった。

【0008】そのため、InGaN発光層は高温状態 (すなわち、800℃から1100℃への昇温時) にお いて安定に保持する必要があった。しかしながら、本発 明者の知見によれば、上述した従来の方法においては、 昇温過程におけるキャリアガスとして、窒素と水素の割 合が1:3の水素リッチなガスを使用していたため、1 nGaN発光層を安定に保持することができないことが 判明している。すなわち、NH,は、水素雰囲気中にお いては窒素の2倍以上の大きな拡散係数を有しているた め、水素リッチである前記の条件下においては、基板近 30 傍のNH、濃度が低くなってしまうという現象が生じ、 このため、InGaN発光層のNが解離しやすくなり、 In Ga N発光層の分解による結晶の劣化あるいは厚さ の減少・消失を招くという問題があった。したがって、 上述した方法で得られる発光素子は、極端な場合には1 nGaN発光層のない、あるいはこの層が残っていたと しても結晶性の著しく低下した層として残存しているた め、発光効率および信頼性の低下したものであった。 【0009】したがって、本発明は、上述した従来提案 されている方法に伴う問題点を解消することに向けられ 40 たものであって、高品質で結晶性にすぐれたInGaA 1 N発光層を形成し得る、高品質GaN系化合物半導体 素子の製造方法を提供することを目的とするものであ る。

[0010]

【課題を解決するための手段】上述したように、GaN 系化合物半導体を1000℃程度の高い温度で気相成長 する場合、もしくはInGaAIN層のように熱的に不 安定なⅠnを含む混晶を800℃前後の温度で成長させ る場合、成長中断プロセスにおいては1nGaA1N層 50 し、厚さ0.2μmのZn、SiドープlnGaN発光

からのNの解離やH2キャリアガスによる還元作用によ り、一旦形成された成長層が、成長中断工程での著しい 昇華作用により結晶の劣化や膜厚の変動にさらされ、と のため素子特性(発光効率や光出力)を低下させるとい う問題があった。

【0011】本発明においては、積極的にこの成長中断 工程に着目し、特に昇温、降温および流量変更に伴うす べての成長中断工程における工程条件を最適状態に制御 することによって上記問題を解決しようとするものであ

【0012】すなわち、本発明によるGaN系化合物半 導体素子の製造方法は、(Ga, Al,)1-, In, N(0≦x≦1,0≦y≦1)系結晶構造を気相成長さ せるに際し、同一層およびヘテロ層のいずれにおいて も、形成する層の成長を中断する成長中断工程の少なく とも一つの成長中断工程における雰囲気として、V族ガ スを含む雰囲気であり、かつ、V族以外のキャリアガス として不活性ガスを用いることによって、前記成長中断 工程において露出している層の分解を防止するようにし 20 たことを特徴とするものである。

[0013]

【発明の実施の形態】本発明によるGaN系半導体素子 の製造方法の具体的態様について、表示等やフルカラー 式ディスプレイ等に使用されるGaN系発光素子を例に とって説明する。

【0014】図1は、GaN系発光素子の一構造例を概 略的に示す断面図である。図3は、処理温度と時間経過 を示すタイムチャートである。この例においては、各層 の成長方法として、有機金属気相成長法(MOCVD法 という) が用いられる。

【0015】まず、バッファ層の成長の前にサファイア 基板1に対して、水素キャリアガスだけでサーマルクリ ーニングを行う。その後、キャリアガスはそのままで5 20℃まで降温し、次いで、キャリアガスを次のように 切り替える。即ち、窒素と水素の割合が、1:3になる ようにキャリアガスを切り替え、V族原料であるNH, とIII 族原料であるTMGとを一定量供給し、厚さ50 nmのGaNバッファ層2を成長させる。V族原料であ るNH、は、これ以降のプロセスにおいては成長中はも ちろんのこと、成長中断中においても常に供給されるよ うに設定されている。

【0016】その後、キャリアガスは切り替えずに11 00℃まで昇温し、TMGおよびSiH、を供給し、厚 さ4μmのSiドープn型GaNクラッド層3を成長さ せる。とのSi-GaN層の成長後、キャリアガスはそ のままとして800℃まで降温する。温度が800℃で 一定になった状態で、キャリアガスである窒素と水素の 割合を1:1に切り替え、成長層原料であるTMIとT MGと発光中心原料であるSiH、とDMZnとを供給

5

層4を成長させる。

【0017】とのInGaN層の成長後、キャリアガス である窒素と水素の比を3:1にし、1100℃まで昇 温する。1100℃に昇温した後においては、キャリア ガスである窒素と水素の比を1:3に戻し、TMAとT MGおよびドーパントであるCp、Mgを供給し、厚さ 0. 2 μmのMgドープp型AlGaN層5を成長させ る。最後に、TMGとCp、Mgを供給して、厚さ0. 3μmのp型GaN層6を成長させる。さらに、キャリ アガスはそのままで、成長を中断させたままの状態で室 10 温まで降温するととによって、図1に示すようなGaN 系発光素子が得られる。

【0018】また、付加的効果として、降温中に不活性 ガス雰囲気を用いることで、MgドーブGaN層がas -grownでP型化することもできる。

【0019】上記の実施例においては、V族原料ガスと してNH、をキャリアガスとして窒素リッチの窒素と水 素の混合ガスを用いたが、前述したように、窒素以外の Ne、Ar、Kr、XeおよびSF。などの不活性ガス も同様に用いることができる。

【0020】前述したように、InGaN層を発光層、 AIGaN層をクラッド層とするダブルヘテロ構造デバ イスの製作においては、InGa N層成長後の昇温過程 で用いるキャリアガスとしては、窒素と水素の割合が 1:3であるような水素リッチのガスが使用されてい た。このように水素リッチのガスを使用する理由は、水 素の方が窒素よりも高純度のキャリアガスが精製できる ためである。

【0021】しかしながら、上述したように、このよう るいは結晶性低下が発生するという問題があった。これ は、NH、の拡散係数は、窒素ガス中より水素ガス中の ほうがはるかに大きく、従来技術のようにキャリアガス が水素リッチでは、NH、が拡散してNH、濃度が低く なるため、InGaN層の"N"の分解を抑制する効果 低下するためであると考えられる。

【0022】本発明にように、キャリアガスとして上記 のような不活性ガスを用いることによって、NH、濃度 を高く維持することができ、In Ga N発光層の昇温過 程での分解を有意に抑制することができる。

【0023】次に、本発明の上述した実施例および冒頭 で述べた比較例で得られた素子について、アニールによ るInGaN層表面が受ける変化について説明する。

【0024】まず、各々、InGaN層成長後の同一の ウェーハについて、図3に示す温度プロファイルに従っ て、窒素リッチ条件(実施例)と水素リッチ条件(比較 例)で、室温から1100°Cまで昇温し、アニールを実 施し、InGaN層の表面のSEM写真を撮影した。図 4は、アニール前の In GaN層の表面のSEM写真で

ル処理後の表面状態を示し、図6 (実施例) は、窒素リ ッチ雰囲気でのアニール処理後の表面状態を示す。これ らから、InGaN層の表面は、水素リッチの場合は著 しい劣化があるのに対し、窒素リッチの場合はほとんど 変化はみられないことが分かる。

【0025】図7は、InGaN層のアニールの時間に よるX線強度の変化を示すグラフである。X線強度にお いても、比較例のように水素リッチガスを使用した場合 は、70%程度強度低下するのに対して、窒素リッチガ スを使用した実施例の場合においては、X線強度は実質 的に低下しないことが確認された。

【0026】さらに、図8にLED相対輝度の測定値を 示す。このグラフから、本発明の実施例に係る発光素子 の輝度は、比較例のものに比べて10倍以上に及ぶ輝度 の向上が認められる。

【0027】図10は、GaN系MQW構造青色レーザ 素子の一構造例を概略的に示す断面図である。

【0028】図11は、処理温度と時間経過を示すタイ ムチャートである。この例においても、各層の成長方法 20 としては、有機金属気相成長法が用いられる。

【0029】まず、バッファ層の成長の前にサファイア 基板に対し、水素キャリアガスだけでサーマルクリーニ ングを行う。その後、キャリアガスはそのままで、52 0℃まで降温し、次いでキャリアガスを次の様に切り替 える。即ち、窒素と水素の割合が、例えば1:3になる ようにキャリアガスを切り替え、V族原料であるNH。 とIII 族原料であるTMGとを一定量供給し、厚さ50 mmのGaNバファ層を成長させる。ここで、V族原料 であるNH。は、これ以降のプロセスにおいては成長中 な条件では、InGaN層が分解して膜の消失や減少あ 30 はもちろんのこと、成長中断中においても常に供給され るように設定されている。

> 【0030】その後、1050℃まで昇温するが、昇温 前にキャリアガスを窒素と水素の比率を例えば3:1に 切り替える。昇温後、TMG及びSiH。を供給し、厚 さ4μmのSiドープのn型GaN層を成長させる。と の後、AIGaNクラッド層を成長するが、NH。とT MAとの中間反応がおきやすいため、総流量を変える必 要がある。そこで、成長を中断してキャリアガスの組成 比を窒素と水素の比率を3:1にしたまま、総流量を例 40 えば1.5倍にする。

【0031】その後、TMG、TMA及びSiH。を供 給し、0.25 µmのSiドープのn型Al,15Ga o.ss Nクラッド層を成長させる。

【0032】次いで、窒素と水素の比率は3:1のまま キャリアガス総流量を元に戻し、温度を700℃まで降 温する。その後、 $0.1\mu m$ のアンドープGaN層を成 長させる。

【0033】その後、一定時間のインタバルを入れて丁 MG、TMIをウエル層とバリア層それぞれのIn組成 Nウエル層と40AのアンドープIno.os Gao.os Nバ リア層の交互に10ペア成長させる。

【0034】次いで、窒素と水素の比率を3:1にして 1050℃まで昇温する。その後、窒素と水素の比率は そのままにして総流量を1.5倍にする。さらに、TM G、TMA及びCp2Mgを供給しMgドープp型Al 。、、、Ga。、、N層クラッド層を成長させる。

【0035】さらにその後、成長中断して、総流量を元 に戻しかつキャリアガスである窒素と水素の比率を3: させる。成長層終了後、窒素と水素キャリアガス割合を 3:1にしたまま室温まで降温する。このようにして、 Ga N系MQW構造青色レーザダイオードが形成され

【0036】また、付加的効果として、降温中に不活性 ガス雰囲気を用いることで、MgドーブGaN層がas -grownでP型化することもできる。

【0037】上記の実施例においては、V族原料ガスと してNH、をキャリアガスとして窒素リッチと水素リッ チの混合ガスを用いたが、前述したように、窒素以外の 20 Ne、Ar、Kr、XeおよびSF。などの不活性ガス も同様に用いることができる。また、V族原料ガスとし てNH₃、N₂ H₄、N₂ H₃ CH₃ およびN₂ H 2 (CH。) 2 からなる群から選ばれた原料を用いると とができる。

【0038】従来の方法においては、同温度であっても 成長を中断してGaN成長からAlGaN層成長への移 行の際にあるいはInGaNMQW層からAlGaN層 成長への移行の際に総流量を増大させるような場合、キ うな水素リッチのガスが使用されていた。これは、水素 のほうが窒素よりも高純度のキャリアガスが精製できる ためである。

【0039】しかしながら、上述したように、このよう な条件下では、CaN層が分解して膜の減少や結晶性が 低下するなどの問題があった。これは、NH。の拡散係 数は、窒素ガス中より水素ガス中のほうがはるかに大き く、従来技術のようにキャリアガスが水素キャリアガス では、NH。が拡散してNH。濃度が低くなるため、C 制する効果が低下するためであると考えられる。

【0040】また、水素ガスはGaN層、InGaN 層、AlGaN層を化学的に還元してしまう作用があ り、この点からも膜の減少や結晶性の低下が発生すると いう問題があった。

【0041】本発明の方法においては、キャリアガスと して上記のような不活性ガスを用いることによって、系 内のNH、濃度を高く維持し、"N"の抜けを抑制する のみならず、キャリアガス水素ガスによる還元作用を抑 制することが可能となる。

【0042】次に、発光層をGaN層とする紫外光しE D発光素子を例にとって、本発明の別の好ましい実施例 について説明する。

【0043】図12は、GaN系紫外発光素子の一構造 例を概略的に示す断面図である。また図13は、処理時 間と時間経過を示すタイムチャートである。との例にお いては、各層の成長方法として、前記と同様の有機金属 気相成長法(MOCVD)が用いられる。

【0044】まず、バッファ層成長の前にサファイア基 1として、厚さ0. 1 μ mのMgドープGa N層を成長 10 板に対して、水素キャリアガスだけでサーマルクリーニ ングを行なう。その後、キャリアガスはそのままで52 0℃まで降温し、次いで、キャリアガスを次のように切 り替える。即ち、窒素と水素の割合が、例えば1:3に なるようにキャリアガスを切り替え、V族原料ガスであ るNH。と III族原料であるTMGを一定量供給し、5 OnmのGaNバッファ層を成長させる。ととで、V族原 料ガスであるNH〟は、これ以降のプロセスにおいては 成長中は勿論のとと、成長中断においても常に供給され るようになっている。

> 【0045】その後、成長を中断してキャリアガス窒素 と水素の割合を、例えば3:1にするようにする。その 後1100℃まで昇温する。

【0046】その後、TMG及びSiH₄を供給し、厚 さ4μmのSiドープn型GaN層を成長させる。この Si-GaN成長を中断し、キャリアガスの比率はその ままとして総流量を1.5倍まで増大させる。

【0047】その後、TMG、TMA及びSiH₄を供 給し、厚さ0.2μmのSiドープn型Ai3Ga,_, N層(0<z≤1)を成長させる。このSi-AlzG ャリアガスとしては窒素と水素の割合が1:3であるよ 30 a1-z N層(0 < z ≤ 1)を成長させた後、成長を中断 しキャリアガス流量の比率はそのままとして総流量をも との流量にもどす。

> 【0048】その後、TMGとSiH。を供給し、厚さ 0. lμmのGaN活性層を成長させ。再び、成長を中 断し、キャリアガスの比率はそのままにして総流量を 1. 5倍まで増大する。

【0049】その後、TMG、TMA及びCp2Mgを 供給し、厚さ0.2μmのMgドープp型Al, Ga 1-1 N層 (0 < z ≤ 1) を成長させる。再び、成長中断 aN層やNMQW層やAIGaN層の"N"の分解を抑 40 して、キャリアガス流量の比率はそのままにして絵流量 をもとの流量に戻す。

> 【0050】その後、TMG及びCp2Mgを所定量供 給し、厚さ0. 1μmのNgドープGaN層を成長させ る。その後、キャリアガスはそのままで、成長中断させ たまま降温させることによって、図12に示すGaN系 紫外発光素子が得られる。

> 【0051】また、付加的効果として、降温中に不活性 ガス雰囲気を用いることで、MgドーブGaN層がas -grownでP型化することもできる。

50 【0052】上述した実施例においては、成長中断にお

ける不活性ガスとH。ガスとの比率としたが、その比率は1:1以上であればよく、特に3:1に限定することを意図するものではない。また、上記実施例において成長中断工程をおきそのキャリアガス雰囲気を規定したが、成長層の働きによっては、必ずしもすべての中断工程に本発明を適用する必要はなく、目的に応じて、少なくとも1以上の成長中断工程に適用することで足りる。【0053】また、得られる各形成層の結晶状態に着目すると、本発明による形成層においてはいずれも明瞭なピークを有するX線回折バターンがえられ、ピークのなまりならびに結晶劣化のない良好な高品質結晶層を得ることができる。

【0054】とりわけ、図14に示すように、従来の方法で得られたInGaN系MQW層の結晶パターンにはなまりが見られるのに対して、上述した本発明の方法で形成されたInGaN系MQW層は、高品質結晶が形成されたととを示すサテライトピークを有するX線回折パターンを有している。

[0055]

【発明の効果】本発明によれば、高品質で結晶性にすぐ 20 れた In Ga N 発光層を形成し得る、高品質 Ga N 系化 合物半導体素子の製造方法が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図1】GaN系発光素子一構造例を概略的に示す断面 図

【図2】本発明の実施例における処理温度と時間経過を 示すタイムチャート。

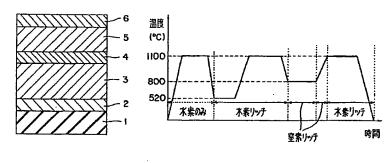
【図3】アニール処理条件を示す温度プロファイル。

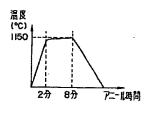
*【図4】アニール前のInGaN層の表面の結晶状態を 示すSEM写真。

10

- 【図5】比較例におけるアニール処理後のInGaN層の表面の結晶状態を示すSEM写真。
- 【図6】実施例におけるアニール処理後のInGaN層の表面の結晶状態を示すSEM写真。
- 【図7】 In GaN層のアニールの時間によるX線強度の変化を示すグラフ。
- 【図8】LED相対輝度の測定値を示すグラフ。
- 「図9」従来例における処理温度と時間経過を示すタイムチャート。
 - 【図10】GaN系MQW構造青色レーザ素子の一構造例を概略的に示す断面図。
 - 【図11】本発明の実施例における処理温度と時間経過を示すタイムチャート。
 - 【図12】GaN系紫外発光素子の一構造例を概略的に示す断面図。
 - 【図13】本発明の実施例における処理温度と時間経過を示すタイムチャート。
- 20 【図14】従来の方法ならびに本発明の方法で得られた GaN系MQW構造のX線回折バターンを示すグラフ。 【符号の説明】
 - 1 サファイア基板
 - 2 バッファ層
 - 3 Si-GaN層
 - 4 Zn, Si-InGaN層
 - 5 Mg-AlGaN層
 - 6 Mg-GaN層

[図2] [図3]

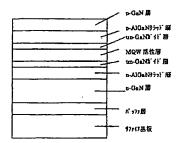




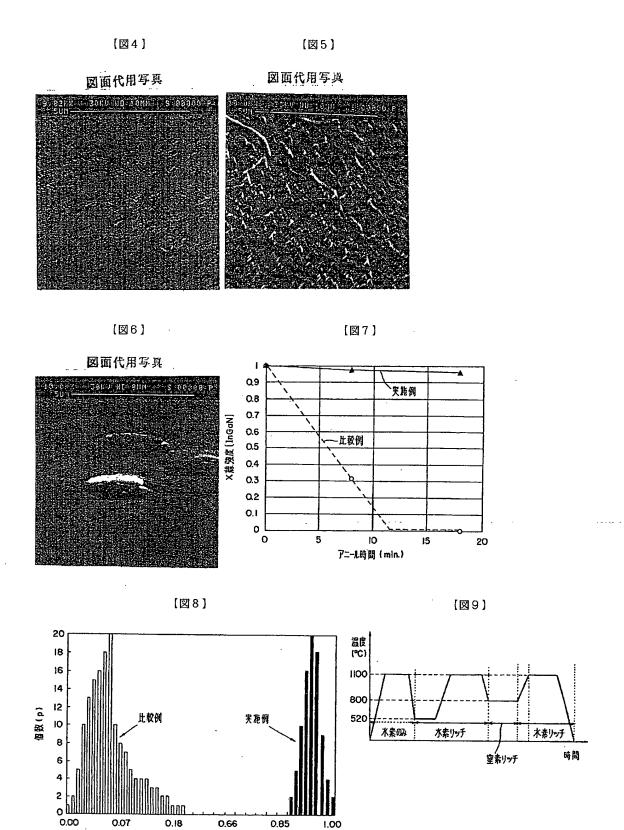
[図10]

【図12】

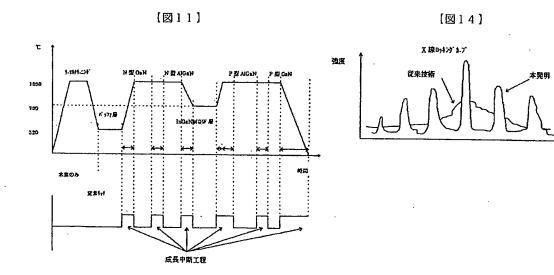








相対輝度



【図13】

